

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-072467

(43)Date of publication of application : 18.03.1997

(51)Int.Cl. F16L 15/04

(21)Application number : 07-228357

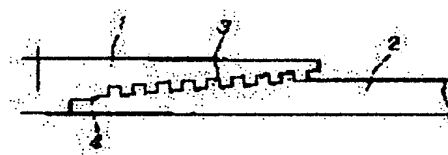
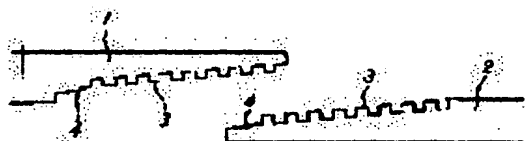
(71)Applicant : NIPPON STEEL CORP

(22)Date of filing : 05.09.1995

(72)Inventor : TSURU EIJI  
FUJII HIROMI  
OKA MASAHARU**(54) THREADED JOINT WITH EXCELLENT SEIZURE RESISTANCE UNDER NO GREASE LUBRICATION****(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To prevent generation of galling due to repeated tightening and loosening without need for use of fluid lubrication such as grease, by forming roughness in the contact surface of a box or a pin, and smoothing the roughness surface with a resin coating layer formed by dispersively-mixing molybdenum disulfide or tungsten disulfide with resin.

**SOLUTION:** In a box 1 and a pin 2 which are joint members, roughness of 5-40  $\mu$ m is formed at only the box 1 or a contact surface between the box 1 and the pin 2 for a threaded part 3 and a metal-to-metal contact part 4 which constitute the joint members respectively. Molybdenum disulfide or tungsten disulfide which is a solid lubricant is dispersively-mixed with a resin binder (polyamide imido, epoxy, furan, phenol). The roughness surface is covered completely, and a resin coating surface is constituted so as to be smoothed. At the time of assembling, the box 1 and the pin 2 are fitted, and high pressure is applied to the threaded part 3 and the metal-to-metal contact part 4 respectively to slide them.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 11.05.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 14.05.2002

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-72467

(43) 公開日 平成9年(1997)3月18日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>

F16L 15/04

識別記号

庁内整理番号

F I

F16L 15/04

技術表示箇所

Z

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全7頁)

(21) 出願番号 特願平7-228357

(22) 出願日 平成7年(1995)9月5日

(71) 出願人 000006655

新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(72) 発明者 津留 英司

福岡県北九州市戸畑区飛幡町1番1号 新

日本製鐵株式会社八幡製鐵所内

(72) 発明者 藤井 博己

福岡県北九州市戸畑区飛幡町1番1号 新

日本製鐵株式会社八幡製鐵所内

(72) 発明者 岡 正春

福岡県北九州市戸畑区飛幡町1番1号 新

日本製鐵株式会社八幡製鐵所内

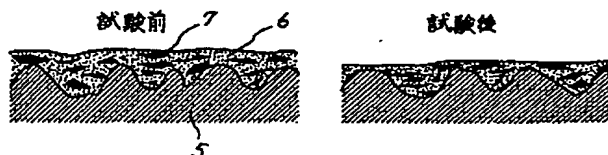
(74) 代理人 弁理士 椎名 彊 (外1名)

(54) 【発明の名称】 グリス無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手

(57) 【要約】

【課題】 グリスなどの液体潤滑剤を一切使用することなく、繰り返しの締め緩めに対してゴーリングを起こすことのない無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手を提供すること。

【解決手段】 管のネジ継手においてボックスまたはピンの接触表面に5~40 $\mu$ mの凹凸を設け、二硫化モリブデン、または二硫化タングステン樹脂に分散混合した樹脂被膜層を前記凹凸面を覆い、尚かつ平滑な樹脂表面を形成させるか、それに加え、相対する摺動面の表面粗さを前記凹凸面の粗さより小さくするか、二硫化モリブデンの含有率を30~90wt%にし、樹脂をポリアミドイミド、エポキシ、フラン、フェノールの中から選択し、ピン、ボックス螺合時にグリス及び液体潤滑剤なしの無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 雄ネジとネジなし金属接触部からなるピンと雌ネジとネジなし接触部からなるボックスから構成される管のネジ継手において、ボックスまたはピンの接触表面に 5～40 $\mu$ m の凹凸を設け、二硫化モリブデン、または二硫化タングステン粉末を樹脂に分散混合した樹脂被膜層を該表面に形成し、前記凹凸面を樹脂被膜層で平滑化したことを特徴としたピン、ボックス螺合時にグリス及び液体潤滑剤なしの無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手。

【請求項 2】 雄ネジとネジなし金属接触部からなるピンと雌ネジとネジなし接触部からなるボックスから構成される管のネジ継手において、ボックスまたはピンのいずれか一方の接触表面に 5～40 $\mu$ m の凹凸を設け、二硫化モリブデン、または二硫化タングステン粉末を樹脂に分散混合した樹脂被膜層を該表面に形成し、前記凹凸面を樹脂被膜層で平滑化すると同時に、相対する摺動面の表面粗さを前記凹凸面の面粗さ以下に形成したことを特徴としたピン、ボックス螺合時にグリス及び液体潤滑剤なしの無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手。

【請求項 3】 雄ネジとネジなし金属接触部からなるピンと雌ネジとネジなし接触部からなるボックスから構成される管のネジ継手において、ボックスまたはピンの接触表面に 5～40 $\mu$ m の凹凸を設け、二硫化モリブデン粉末を樹脂に分散混合した樹脂被膜層を該表面に形成し、前記凹凸面を樹脂被膜層で平滑化したことを形状的特徴とし、二硫化モリブデンの割合を 30～90wt% にし、前記樹脂をポリアミドイミド樹脂、エポキシ樹脂、フラン樹脂、フェノール樹脂の中から選択したことを特徴としたピン、ボックス螺合時にグリス及び液体潤滑剤なしの無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は原油採掘に使用する油井管ネジ継手や、採掘された原油を輸送するラインパイプ用ネジ継手において、グリスを塗布しない繰り返しのメークアップ（締め付け）、ブレイクアウト（緩め）に対しても継手が焼き付くことなく、繰り返し使用できるネジ継手に係わる。

## 【0002】

【従来の技術】 油井掘削時に使用するチュービングやケーシングには一般にネジ継手が用いられる。ネジ継手には使用環境下で内外圧、軸力、曲げ等を複合して被るため、これらの複合荷重下においても継手がリークしないこと、継手が破損しないことが要求される。一方、ケーシングやチュービングの降下作業時には一度、締め込んだ継手を緩めることもあり、一般にチュービングで 10 回、ケーシングで 3 回の締め緩めに対しても継手が焼き付くことなく使用できることが API（米国石油協会）でも望まれている。上記の要求性能を満たすためには

API BUL 5A2 に述べられているコンパウンドグリスを塗布して継手を締め込むことが現在まで常態化している。ここでコンパウンドグリスの役割は耐焼付き性の確保とシール性の向上にある。

【0003】 その後、シール性をより向上させる発明として金属対金属接触部を有する特殊ネジ継手、即ちプレミアムジョイントの開発が盛んになされ、様々な形状のシール部を有するプレミアムジョイント（特公昭 59-44552 号公報、特公平 5-41876 号公報）が発明された。このような発明により、継手のガスシール性は管体降伏強度と同等以上にまで向上させるに至った。しかしながら、より優れたシール性を得るには金属接触部に母材の降伏点をも越えるようなより高い面圧を付与しなければならないため焼付きの中でも修復不可能なゴーリングが発生しやすくなり、ゴーリングを防止する研究が盛んに行われるようになってきた。

【0004】 ゴーリング防止対策としてコンパウンドグリスに亜鉛、鉛、銅等の重金属粉、あるいは雲母などの無機物を適切に含有させるグリスの開発や、シール部形状に工夫を凝らすことで局部面圧を軽減する研究（特開昭 62-209291 号公報、特開平 4-277392 号公報）や、シール面の性状を制御した研究（実公平 6-713 号公報）や、表面処理によりゴーリング性を向上させる研究（特公平 3-78517 号公報、特開平 5-117870 号公報、特開昭 62-258283 号公報、特開昭 60-26695 号公報、特開昭 58-31097 号公報、特開昭 58-17285 号公報、特開昭 61-124792 号公報、特開昭 61-136087 号公報）等がある。係る研究の成果もあり、特に適切な表面処理とコンパウンドグリスを用いることで耐焼付き性も実用十分な範囲にまで向上してきた。

【0005】 特に油井管ネジ継手に二硫化モリブデンを分散混合させた樹脂被膜を形成させる公知例として特公平 3-78517 号公報があるが、係る事例では樹脂被膜層を金属対金属接触部の表面粗さ以下に形成させている。これはコンパウンドグリス塗布を念頭に置いた発明であるため、最終表面の凹凸にグリスが封入される効果を狙ったもので本発明が目的としている無グリス潤滑下での締め緩めに対しては下地の表面粗さによる選択的接触により安定した耐焼付き性は得られない。

【0006】 表面処理前の表面最大粗さと表面処理皮膜厚さの関係を特定した公知例に特開平 6-10154 号公報がある。下地表面粗さと皮膜厚さのみ関係を見れば本特許と共通する点があるが、係る公知例は金属接触部の隙間を小さくすることでシール性の向上を狙ったものであり、尚且つ、コンパウンドグリスの効果については述べているものの無潤滑下の耐焼付き性については全く述べられていない。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】 これらを背景に、近年

10

20

30

40

50

の研究として塗布したグリスがメークアップ中に高圧になり使用性能を劣化させること（特開昭 63-210487 号公報、特開平 6-11078 号公報）や、コンパウンドグリスに含有されている重金属分に起因した環境汚染問題などが取り上げられ、重金属分を含まないコンパウンドグリスの商品化など、コンパウンドグリスに関わる問題が生じ始めた。1991年に制定された API RP 5 C5 にも継手性能に及ぼすグリス量やグリス圧力の問題を評価するプログラムとなっている。それにも増して、コンパウンドグリスの塗布作業は作業環境を悪化させると同時に作業効率をも低下させている。したがって、このようなコンパウンドグリスを一切用いることなく従来の性能、特にゴーリング性を確保できれば上述した問題点を一掃できる画期的なネジ継手となる。それにも拘らず、コンパウンドグリスを用いざるを得ないのは完全無グリス潤滑下では従来の技術でゴーリング性が数段劣化することにあつた。

【0008】上述した問題を解決すべく、発明者らは研究を重ねた結果、従来、継手メークアップ前に塗布していたコンパウンドグリスなどの液体潤滑剤を一切用いることなく、繰り返しの締め、緩めに対してゴーリングを起こすことなく、尚且つシール性等の使用性能も満足するに至った。その発明の要旨は

(1) 雄ネジとネジなし金属接触部からなるピンと雌ネジとネジなし接触部からなるボックスから構成される管のネジ継手において、ボックスまたはピンの接触表面に 5～40 $\mu$ m の凹凸を設け、二硫化モリブデン、または二硫化タングステン粉末を樹脂に分散混合した樹脂被膜層を該表面に形成し、前記凹凸面を樹脂被膜層で平滑化したことを特徴としたピン、ボックス螺合時にグリス及び液体潤滑剤なしの無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手。

【0009】(2) 雄ネジとネジなし金属接触部からなるピンと雌ネジとネジなし接触部からなるボックスから構成される管のネジ継手において、ボックスまたはピンのいずれか一方の接触表面に 5～40 $\mu$ m の凹凸を設け、二硫化モリブデン、または二硫化タングステン粉末を樹脂に分散混合した樹脂被膜層を該表面に形成し、前記凹凸面を樹脂被膜層で平滑化すると同時に、相対する摺動面の表面粗さを前記凹凸面の面粗さ以下に形成したことを特徴としたピン、ボックス螺合時にグリス及び液体潤滑剤なしの無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手。

【0010】(3) 雄ネジとネジなし金属接触部からなるピンと雌ネジとネジなし接触部からなるボックスから構成される管のネジ継手において、ボックスまたはピンの接触表面に 5～40 $\mu$ m の凹凸を設け、二硫化モリブデン粉末を樹脂に分散混合した樹脂被膜層を該表面に形成し、前記凹凸面を樹脂被膜層で平滑化したことを形状的特徴とし、二硫化モリブデンの割合を 30～90wt

%にし、前記樹脂をポリアミドイミド樹脂、エポキシ樹脂、フラン樹脂、フェノール樹脂の中から選択したことを特徴としたピン、ボックス螺合時にグリス及び液体潤滑剤なしの無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手にある。

#### 【0011】

【作用】以下、本発明について図面に従って詳細に説明する。図 1 に本発明に適用した継手部の構成部材の概略部を示す。図 1 に示すように継手部材であるボックス 1 とピン（鋼管先端継手）2 について、それぞれ継手部材を構成するネジ部 3 及び金属対金属接触部 4 に対して、ボックス 1 のみ、あるいはボックス 1 とピン 2 の接触界面に所定の凹凸を設け、樹脂被膜層でこれを覆い、継手螺合中に係る表面処理層と相対する母材表面が摺動する。図 2 は各継手構成部材の組立構成を示す図である。図 2 に示すようにボックス 1 とピン 2 を嵌合させ、それぞれネジ部 3、金属対金属接触部 4 に高面圧を付与しつつ摺動させる。そこで、例えば 10 回の締め緩めに対してゴーリングを起こさないことを要求されるチュービングサイズの最大径、 $\phi 17.8$  mm の金属対金属接触部を有するプレミアムジョイントに対して耐焼付き性の評価試験を行った。

【0012】表 1 は耐焼付き性に有効な既存の表面処理の内、亜鉛メッキ、銅メッキ、錫メッキ、燐酸塩処理、サンドブラストを施したボックスと機械加工ままのピンを潤滑剤を塗布することなく、締め緩めを行った場合の焼付き発生回数を示す。最も焼付き性に優れると言われる銅メッキでさえも僅か 3 回目でゴーリングが発生し、無潤滑下で耐ゴーリング性を確保することがいかに難易度の高い技術であるかを物語っている。なぜならば、通常、プレミアムジョイントはガスシールを行うために金属対金属接触部に 600 MPa にも及ぶ母材自身の降伏点をも越えるような高面圧を発生し、継手のメークアップ、ブ레이크アウト中には係る高面圧下で金属同士が摺動するからである。

#### 【0013】

【表 1】

表 1

表面処理種	ゴーリング発生までの回数
亜鉛メッキ	2
銅メッキ	3
錫メッキ	2
リン酸塩処理	3
サンドブラスト	3

【0014】そこで発明者らは高面圧下での潤滑機能に優れた二硫化モリブデン、二硫化タングステンに着目し、油井管ネジ継手に関する固体潤滑皮膜の研究に取り

組んだ。一般に潤滑剤の潤滑効果は使用条件、即ち、面圧、摺動速度、潤滑剤の種類、及び有無、面性状、温度等によって大きく異なることも知られている。二硫化モリブデンにおいても、その使用方法により極めて優れた耐焼付き性を発揮したり、通常のスリス潤滑よりも劣る場合があることが知られている。特に二硫化モリブデンの場合、その下地処理とバインダー（結合剤）が潤滑性の良否を左右するといっても過言ではない。

【0015】表2はφ178mmのプレミアムジョイントに樹脂コーティングを施した場合のゴーリングが発生したときの締め緩め回数を示す。樹脂にはポリアミドイミドを用い、二硫化モリブデンはフィッシャー法による平均粒径5μm以上のものを用いた。二硫化モリブデン

表

2

サンプル No.	下地処理面の 最大粗さR <sub>max</sub> (μm)	樹脂膜厚 (μm)	ゴーリングまでの 回数
1	25	40	10回以上
2	25	25	10回以上
3	25	10	10回以上
4	25	5	5回
5	5	10	10回以上
6	5	3	2回
7	40	40	10回以上
8	40	10	8回
9	40	5	3回
10	50	50	9回
11	3	25	4回

【0017】図3はサンプルNo. 2の試験後断面と同一構成の試験前断面、図4はサンプルNo. 4の試験後断面と同一構成の試験前断面、図5はサンプルNo. 6の試験後断面と同一構成の試験前断面のそれぞれ模式図である。図3は本発明例で母材5の表面に凹凸を設け、樹脂系バインダー6に固体潤滑剤である二硫化モリブデン、または二硫化タングステン7を分散混合し、凹凸面を完全に覆い、尚かつ樹脂コーティング表面が平滑になるように構成したものである。図3では10回の締め緩め後、全体的に膜厚は減少しているものの、母材表面は著しく露出することなく、ゴーリングは発生していない。

【0018】これに対して同じ面粗さでも図4に示すように母材面粗さに比べ、コーティング厚さが著しく薄いような場合の試験前断面は凹面でコーティング膜厚が厚く、凸面で薄く尚かつ、母材表面の凹凸を反映する形でコーティング表面にも凹凸が残存している。該表面の試験結果、凸部が選択的に接触、摺動するため、固体潤滑剤が十分に行き渡らずにゴーリングに至っているメカニ

の含有率は80wt%とした。接触面にはいかなるスリス、液体潤滑剤も用いなかった。表面の凹凸は例えばサンドブラストにより形成した。膜厚は電磁膜厚計で測定した参考値でサンドブラスト面を基準としている。これより、樹脂膜厚がサンドブラスト面の粗さより著しく薄い場合は10回以前にゴーリングを起こしている。そこで発明者らはスリス無潤滑下でのゴーリングメカニズムを解明するために試験前後のコーティング断面をCMA (Computer Aided Micro-analyzer) により観察した。

【0016】

【表2】

ズムが想定できる。サンプルNo. 7, 8, 9でも同様の結果を呈している。これは特公平3-78517号公報に述べられている技術と同等であるが、スリスを用いない場合、十分な耐焼付き性を示さないことが判った。

【0019】コーティング膜表面が比較的平滑な場合でも図5に示すように母材表面の粗さが不十分だとやはりゴーリングは発生している。この場合は前記メカニズムとは異なり、樹脂と母材表面との密着性が不十分となり、摺動により樹脂ごと剥離するため、ゴーリングに至るものと推定される。サンプルNo. 11に示すように母材表面の粗さが3μmと小さい場合はコーティング膜厚を厚く付けてコーティング表面を平滑にしても樹脂と母材表面の密着性が不十分のため、ゴーリングを起こす。

【0020】母材表面の粗さを50μmにした場合、次の2点から問題が生じた。一つはコーティング膜厚を平滑に仕上げたにもかかわらず、耐焼付き性が10回に満たないこと。もう一つはネジ部においても50μm近くのコーティングが付着するため、ネジの嵌合がきつくな

り、メイクアップに要するトルクが必要以上に大きくなることである。以上の理由から母材表面の膜厚を $R_{max}$ で5~40 $\mu m$ とし、二硫化モリブデンを分散させた樹脂で前記凹凸を平滑化するように構成することでグリスと塗布しない場合でも優れた潤滑性が得られる。

【0021】表3は $\phi 178mm$ のプレミアムジョイントにポリアミドイミドをバインダーに二硫化タングステンを分散混合した樹脂コーティングを施した場合のゴーリングが発生したときの締め緩め回数を示す。二硫化タングステンはフィッシャー法による平均粒径5 $\mu m$ 以上

表

サンプル №	下地処理面の 最大粗さ $R_{max}$ ( $\mu m$ )	樹脂膜厚 ( $\mu m$ )	ゴーリングまでの 回数
12	25	25	10回以上
13	25	5	6回
14	5	10	10回以上
15	5	3	2回
16	40	40	10回以上
17	40	5	5回

【0023】次に相対する摺動面の粗さをコーティング下地に施した凹凸面の粗さよりも小さくする必要性について述べる。表4に呼び外径 $\phi 178mm$ のプレミアムジョイントの試験結果を示す。ここではボックスに耐焼付き処理をし、相対する摺動面に相当するものはピンシール部で樹脂コーティングを施していない。サンプルNo. 21, 24に見られるように相対する摺動面の粗さが下地処理の粗さを越えるとゴーリングを起こしてい

表

サンプル №	下地処理面の 最大粗さ $R_{max}$ ( $\mu m$ )	樹脂膜厚 ( $\mu m$ )	相対する摺動面 粗さ ( $\mu m$ )	ゴーリングまでの 回数
18	25	25	7	10回以上
19	25	5	15	10回以上
20	10	10	7	10回以上
21	10	10	15	8回
22	40	40	15	10回以上
23	5	25	5	10回以上
24	5	10	15	7回

【0025】次に二硫化モリブデンの含有量を30~90wt%に特定した理由について述べる。表5に呼び外径 $\phi 178mm$ のプレミアムジョイントに二硫化モリブデンの含有量を変えた樹脂コーティングを施したときの試験結果を示す。これより二硫化モリブデンの含有量が30%を下回るとゴーリングが発生させることが判つ

のものを用いた。二硫化タングステンの含有率は80wt%とした。接触面にはいかなるグリス、液体潤滑剤も用いなかった。表面の凹凸はサンドブラストにより形成した。固体潤滑剤を二硫化タングステンにした場合も二硫化モリブデン同様、母材表面の膜厚を $R_{max}$ で5~40 $\mu m$ とし、当該凹凸を樹脂コーティングで平滑化するように構成することでグリスと塗布しない場合でも優れた潤滑性が得られる。

【0022】

【表3】

3

る。この理由として相対する摺動面の粗さが下地処理に凹面に介在している固体潤滑剤を掃き出す効果が生じ、よりゴーリングを起こしやすいものと推測される。したがって、相対する摺動面の粗さはこの場合、ボックスの下地処理粗さよりも小さいことがより耐焼付き寿命を延ばすことに有効である。

【0024】

【表4】

4

た。上限を90%とした理由としてこれ以上になると樹脂による二硫化モリブデンの結合力が低下することが予想されるためである。

【0026】

【表5】

表 5

サンプル №	下地処理面の 最大粗さ $R_{max}$ ( $\mu m$ )	樹脂被膜厚 ( $\mu m$ )	MoS <sub>2</sub> 含有量 (wt%)	ゴーリングまでの 回 数
25	25	25	90	10回以上
26	25	25	60	10回以上
27	25	25	30	10回以上
28	25	25	20	5回
29	40	40	40	10回以上
30	5	15	40	10回以上
31	5	10	20	3回

【0027】次に樹脂バインダーをポリアミドイミド、エポキシ、フラン、フェノールに特定した理由として引張強度、衝撃値が比較的高く、二硫化モリブデンとの結合力も強いためである。さらに膨潤性を考慮した場合はポリアミドイミドが最も優れ、コンパウンドグリスとの混合使用を考えた場合はポリアミドイミドが最も好適である。ポリアミドイミドを使用した場合、グリス塗布い

20

かんにかかわらず、優れた耐焼付き性を呈した。

【0028】

【発明の効果】以上述べたように本発明により、グリスなどの液体潤滑を一切使用することなく、繰り返しの締め緩めに対してゴーリングを起こすことのない無潤滑下での耐焼付き性に優れたネジ継手にある。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明を適用した継手構成部材の概略図、

【図2】各継手構成部材の組立構成を示す図、

【図3】本発明に係る樹脂被膜と表面粗さの関係、及び試験後の被膜断面、

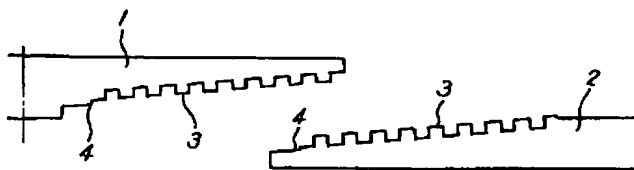
【図4】公知例の樹脂被膜断面の試験前と試験後の模式図、

【図5】表面粗さが不十分な場合の試験前と試験後の模式図である。

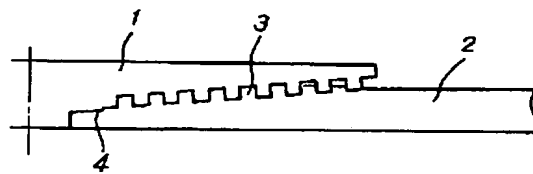
【符号の説明】

- 1 ボックス
- 2 ピン
- 3 ネジ部
- 4 金属接触部
- 5 母材表面
- 6 樹脂
- 7 固体潤滑剤

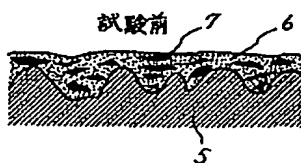
【図1】



【図2】



【図3】



試験後



【図4】



【図 5】

